

Cara uji cemaran arsen dalam makanan



© BSN 1998

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin, menggandakan dan mengumumkan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Pendahuluan

Standar cara uji cemaran arsen dalam makanan disusun dengan maksud untuk menunjang instruksi Menteri Perindustrian No. 04/M/INS/10/1989, sehingga semua produk makanan dan minuman dapat diuji dengan cara yang sama. Dengan demikian komoditi Industri Pangan yang beredar luas di masyarakat dapat dipertanggungjawabkan dari aspek kesehatan serta ~~keselamat-~~
~~an~~ konsumen.

Standar ini disusun oleh Balai Besar Hasil Pertanian Bogor sesuai hasil Rapat-rapat Teknis, Pra Konsensus dan terakhir dirumuskan dalam Rapat Konsensus Nasional pada bulan Pebruari 1998, hadir dalam rapat tersebut wakil-wakil konsumen, produsen, lembaga pengujian serta dari instansi pemerintah yang terkait.

Daftar isi

	Halaman
Pendahuluan	i
Daftar isi	ii
1. Ruang lingkup	1
2. Acuan	1
3. Persiapan contoh	1
4. Metode spektrofotometer-cara I (metode biru molibdenium)	2
5. Metode spektrofotometer-cara II (metode perak dietilditiokarbamat)	4
6. Metode spektrofotometer serapan atom (AAS)	6

Cara uji cemaran arsen dalam makanan

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, persiapan contoh, cara uji cemaran arsen dalam metode spektrofotometri biru molibdenium dan perak dietilditiokarbamat serta metode spektrofotometri serapan atom.

2 Acuan

- AOAC, *Official Method of Analysis* 1995
- Gross, *Ind. Eng. Chem Analytical Ed* 5.58 (1933)
- Cassil, *JAOC* 20, 171 (1937)
- Operation manual, MLS - 1200 *Mega Microwave digestion system with MDR Technology*
- AA Hydride System, Operation manual

3 Persiapan contoh

3.1 Pengabuan basah

- a) Timbang 10 g contoh dalam labu kjeldahl (jika contohnya kering, tambah sedikit air untuk menghindari terjadinya percikan)
- b) Tambah 20 ml H_2SO_4 p.a dan 15 ml HNO_3 p.a
- c) Setelah reaksi selesai, panaskan dan tambah lagi HNO_3 p.a sedikit demi sedikit hingga contoh berwarna coklat atau kehitaman
- d) Tambah 10 ml $HClO_4$ sedikit demi sedikit, panaskan lagi hingga larutan menjadi jernih atau berwarna kuning (jika terjadi pengarangan setelah penambahan as.perklorat, tambahkan lagi sedikit HNO_3 p.a)
- e) Masukkan ke dalam labu ukur 50 ml dan impitkan dengan air suling

3.2 Pengabuan kering

- a) Timbang 10 g contoh dalam cawan, tambah 2,5 g $Mg(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$ dan 25 ml HNO_3 p.a
- b) Aduk dengan sempurna dan uapkan di atas penangas air hingga kering

- c) Arangkan dalam tanur 500°C selama 2 jam. Basahkan dengan HNO_3 p.a. Uapkan lagi dan abukan lagi selama 1 jam pada 500°C
- d) Larutkan dengan larutan HCl 1 : 3 dan impitkan hingga 50 ml dengan air suling.

3.3 Destruksi dengan "Microwave" (sistem tertutup)

- a) Timbang 1 g contoh ke dalam tabung destruksi, tambah 2 ml HNO_3 dan 1 ml H_2O_2 , tutup tabung dan masukkan ke dalam "microwave digestion"
- b) Kerjakan programnya sesuai dengan instruksi kerja alat
- c) Setelah dingin, masukkan larutan destruksi ke dalam labu ukur 50 ml dan impitkan dengan air suling

4 Metode spektrofotometri - cara I (metode biru molibdenium)

4.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen, kemudian direaksikan dengan amonium molibdat - H_2SO_4 , warna yang timbul dibaca dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 845 nm.

4.2 Pereaksi

4.2.1 Air brom setengah jenuh (1 : 1)

Encerkan 75 ml $\text{Br-H}_2\text{O}$ dengan 75 ml air suling.

4.2.2 Larutan natrium hipobromit

Masukkan 50 ml NaOH 0,5 N ke dalam labu ukur 200 ml, dan impitkan hingga tanda garis dengan air brom setengah jenuh (4.2.1).

4.2.3 Larutan ammonium molibdat asam sulfat 5%

Larutkan 5,000 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dalam air dan tambahkan perlahan-lahan 42,8 ml H_2SO_4 95%, impitkan dengan air suling hingga 100 ml.

4.2.4 Larutan standar arsen 1000 mg/l

Larutkan 1,320 g As_2O_3 dalam 25 ml larutan NaOH 20%, netralkan dengan HNO_3 atau HCl (1 : 1) dan encerkan dengan air suling hingga 1 liter.

4.2.5 Larutan standar arsen 10 mg/l

Pipet 10 ml larutan (4.2.4), ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian impitkan dengan air suling.

4.2.6 Larutan hidrozin sulfat 1,5%

Larutkan 1,5 g $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ dengan air suling dalam labu ukur 100 ml dan impitkan.

4.2.7 Larutan kalium iodida 15%

Larutkan 15 g KI dalam labu ukur 100 ml dengan air suling (simpan ditempat gelap dan buang jika larutan berubah menjadi kuning).

4.2.8 Larutan timah klorida

Larutkan 40 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dalam 100 ml HCl 37%.

4.2.9 Asam klorida encer

Encerkan 144 ml HCl 37% dengan air suling hingga 200 ml.

4.2.10 Larutan timbal asetat 10%

Larutkan 10 g $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dalam 100 ml air suling.

4.2.11 Logam seng mesh 30.

4.2.12 Pasir laut

Pasir laut (putih) dicuci beberapa kali dengan larutan NaOH 10% panas, HNO_3 panas dan kemudian dengan air panas. Keringkan dan saring melalui mesh 30 tapi tidak melalui mesh 40.

4.3 Peralatan

- a) Alat arsen
- b) Spektrofotometer

4.4 Cara kerja

- a) Tuangkan 20 ml larutan destruksi (dari persiapan contoh 3.1 atau 3.2) ke dalam botol alat arsen
- b) Tambahkan 10 ml air suling, 5 ml HCl 5 ml (4.2.9) larutan KI dan 4 tetes SnCl_2 (goyangkan pada setiap penambahan pereaksi). Biarkan min. 15 menit
- c) Letakkan 4 g pasir laut di atas serat kaca dalam tabung absorpsi dan tutup dengan serat kaca
- d) Masukkan butiran batu didih diameter 3 mm di atas serat kaca hingga 1/4 bagian dan tambah 3,0 ml larutan NaOBr
- e) Tambahkan 4 g Zn pada botol generator dan biarkan 30 menit
- f) Lepaskan tabung dari botolnya dan tuangkan isinya ke dalam labu ukur 25 ml
- g) Cuci dengan 2 ml air sebanyak 6 kali

- h) Tambah 0,5 ml larutan ammonium molibdat - H_2SO_4 dan 1,0 ml $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ (goyangkan setiap kali penambahan pereaksi)
- i) Impitkan dan biarkan 75 menit aduk dan baca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 845 nm.
- j) Kerjakan juga blanko sama seperti untuk contoh
- k) Persiapan larutan deret standar 0,4; 0,8; 1,2; 2,0 dan 2,4 mg/l arsen.
Pipet 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 6,0 ml larutan standar mengandung 10 mg/kg As_2O_3 ke dalam labu 25 ml. Tambahkan 3,0 ml NaOBr dan air hingga 15 ml. Tambahkan 0,5 ml NH_4 molibdat - H_2SO_4 dan 1,0 ml $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ (sambil digoyang). Impitkan dan biarkan 75 menit seperti pada contoh, aduk dan baca pada 845 nm. Plot antara absorbansi terhadap konsentrasi.
- l) Hitung kandungan As dari contoh dengan pembandingan kurva standar.

Perhitungan :

$$\text{ppm As} = \frac{\text{ppm As (dari kurva baku)}}{\text{gram contoh}} \times \text{volume pengenceran}$$

5 Metode spektrofotometer - cara II (metode perak dietilditiokarbamat)

5.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen, kemudian direaksikan dengan perak dietilditiokarbamat dan warna yang timbul dibaca dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 522 nm.

5.2 Pereaksi

5.2.1 Larutan kalium iodida 15%

Larutkan 15 g K I dalam labu ukur 100 ml dengan air suling (simpan ditempat gelap dan buang jika larutan berubah menjadi kuning).

5.2.2 Larutan timah klorida

Larutkan 40 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dalam 100 ml HCl 37%.

5.2.3 Perak dietilditiokarbamat

Dinginkan 200 ml larutan AgNO_3 0,1 M (3,4 g dalam 200 ml) dan 200 ml Na dietilkarbamat 0,1 M (4,5 g dalam 200 ml) pada suhu 10°C atau dibawah dari 10°C . Tambah larutan karbamat pada larutan AgNO_3 dengan perlahan-lahan sambil diaduk. Saring melalui corong buhner dan cuci dengan air dingin, kemudian keringkan pada suhu kamar. Larutkan garam di atas dengan piridin sambil diaduk, dinginkan dan tambah air dingin perlahan-lahan hingga mengendap sempurna.

Saring melalui corong buhner, dan cuci dengan H_2O untuk menghilangkan piridin. Keringkan kristal kuning muda (simpan dibotol coklat dalam refrigerator).

5.2.4 Larutan perak dietilditiokarbamat

Larutkan 0,5000 g garam (5.2.3) dalam labu ukur 100 ml dengan piridin, dan impit. Kocok dan simpan dibotol coklat.

5.2.5 Larutan standar arsen 1000 mg/l

Larutkan 1,320 g As_2O_3 dalam 25 ml larutan NaOH 20%, netralkan dengan HNO_3 atau HCl (1 : 1) dan encerkan dengan air suling hingga 1 liter.

5.2.6 Larutan standar arsen 100 mg/l

Pipet 10 ml larutan (4.2.5) ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian impitkan dengan air suling.

5.2.7 Larutan standar arsen 1 mg/l

Pipet 1 ml larutan standar (4.2.6) ke dalam labu ukur 100 ml, dan impitkan dengan air suling.

5.3 Cara kerja

- Tuangkan 2-5 ml larutan destruksi (dari persiapan contoh 3.1 atau 3.2) ke dalam botol alat arsen
- Tambah air hingga 35 ml, kemudian tambah 5 ml HCl, 2 ml KI dan 8 tetes $SnCl_2$ (goyangkan setiap kali penambahan pereaksi)
- Biarkan 15 menit
- Tambahkan 4,0 ml Ag dietilditiokarbamat ke dalam tabung
- Lepaskan tabung dan tampung larutan ke dalam kuvet spektrofotometer dan baca pada 522 nm
- Kerjakan juga blanko dengan penambahan pereaksi seperti pada contoh
- Persiapan kurva standar
Pipet 1,0; 3,0; 6,0; 10,0 dan 15,0 ml larutan standar yang mengandung 1 mg/l standar As ke dalam tabung alat arsen. Tambah air hingga 35 ml dan lanjutkan seperti apda contoh di atas. Plot absorbansi terhadap μg As.
- Hitung konsentrasi As dari contoh dengan pembandingan kurva standar

Perhitungan :

$$\text{ppm As} = \frac{\mu g \text{ As (dari kurva baku)}}{\text{gram contoh}} \times \text{fp}$$

Keterangan :

fp adalah faktor pengenceran

6 Metode spektrofotometer serapan atom (AAS)

6.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan NaBH_4 atau SnCl_2 sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan AAS pada panjang gelombang 193,7 nm.

6.2 Pereaksi

6.2.1 Natrium borohidrida

Larutkan 3 g NaBH_4 dan 3 g NaOH dalam 500 ml air suling.

6.2.2 Asam klorida 8 M

Encerkan 66 ml HCl 37% hingga 100 ml air suling.

6.2.3 Timah (II) klorida 10%

Timbang 50 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ke dalam piala gelas 200 ml. Tambah 100 ml HCl 37%. Panaskan hingga larutan jernih. Dinginkan, kemudian tuangkan ke dalam labu ukur 500 ml dan impitkan dengan air suling.

6.2.4 Kalium iodida 20%

Timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 ml, dan impitkan dengan air suling (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan).

6.2.5 Larutan standar arsen 1000 mg/l

Larutkan 1,3203 g As_2O_3 kering dalam sedikit NaOH 20%, kemudian netralkan dengan HCl 1:3 atau HNO_3 . Masukkan ke dalam labu ukur 1 liter, dan impitkan dengan air suling.

6.2.6 Larutan standar arsen 100 mg/l

Pipet 10 ml larutan standar (6.2.5) ke dalam labu ukur 100 ml, dan impitkan dengan air suling.

6.2.7 Larutan standar arsen 1 mg/l (1000 ppb)

Pipet 1 ml larutan standar (6.2.6) ke dalam labu ukur 100 ml, dan impitkan dengan air suling.

6.2.8 Larutan deret standar arsen 10, 20, 30, 40 dan 50 ppb

Pipet 0,5; 1; 1,5; 2 dan 2,5 ml larutan standar arsen 1000 ppb (6.2.7) ke dalam labu 50 ml, dan impitkan dengan air suling (larutan harus dibuat baru).

6.3 Peralatan

- a) Spektrofotometer serapan atom
- b) Lampu arsen
- c) Generator ("HVG")
- d) Tabung reaksi atau "auto-sampler"

6.4 Cara kerja

- a) Hubungkan generator HVG pada AAS berikut kelengkapannya
- b) Nyalakan alat
- c) Atur kondisi alat sesuai dengan instruksi kerja alat
- d) Siapkan NaBH_4 dan HCl dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat
- e) Pipet 25 ml larutan destruksi (dari persiapan contoh 3.1 dan 3.2 atau 3.3), tambahkan 2 ml HCl 8 M dan 0,1 ml KI 20% kemudian biarkan minimal 2 menit
- f) Tuangkan larutan (e) ke dalam tabung ("auto sampler")
- g) Tuangkan deret standar arsen 5; 10; 15; 20 dan 25 ppb serta blanko ke dalam 6 tabung ("auto sampler"). Nyalakan burner serta tombol pengatur aliran pereaksi dan aliran contoh
- h) Baca nilai absorbansi tertinggi dari standar dan contoh dengan blanko sebagai koreksi
- i) Buat kurva standar dengan sumbu Y sebagai absorbansi dan sumbu X sebagai konsentrasi (ppb)
- j) Hitung kandungan arsen dari contoh.

Catatan :

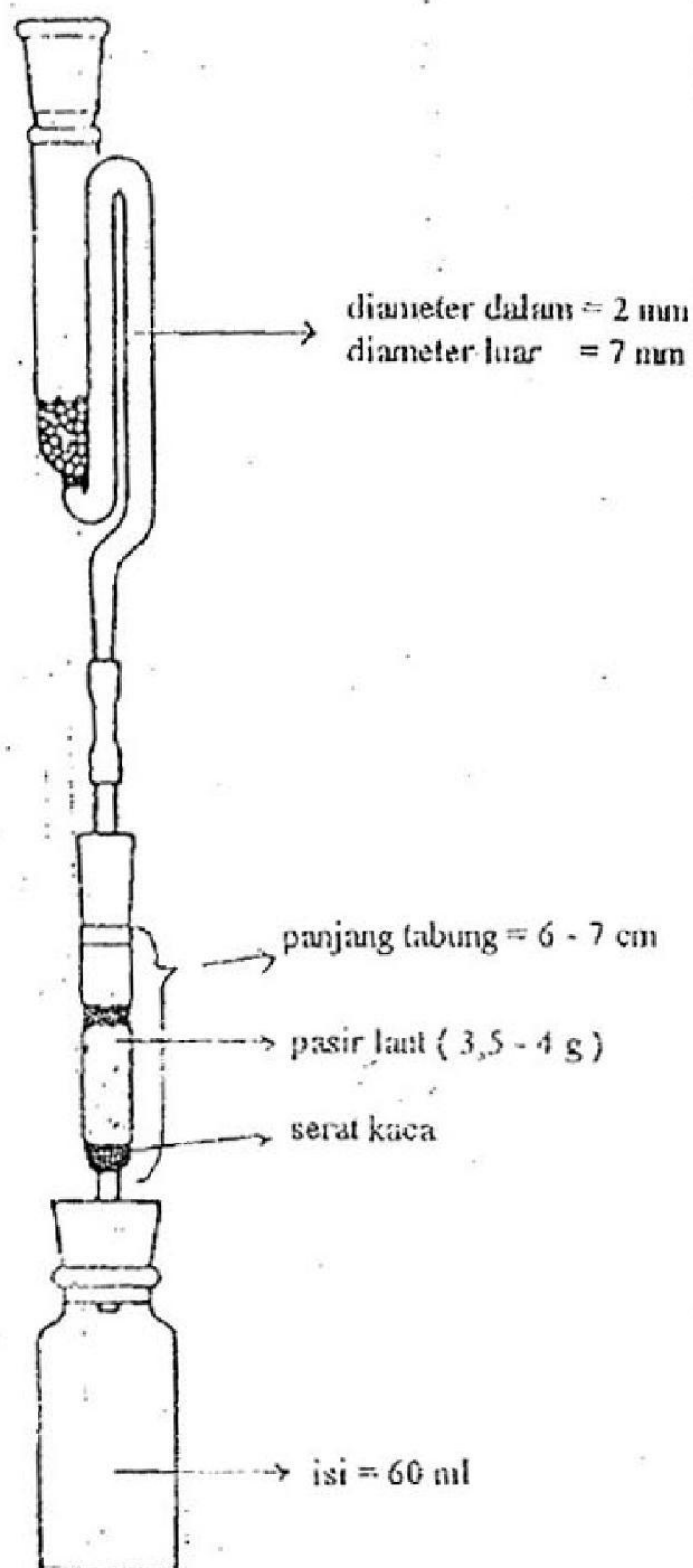
Konsentrasi deret standar dibuat sesuai dengan kepekaan alat dan kandungan arsen dari contoh harus ada diantara deret standar.

Perhitungan :

$$\text{As (ppb)} = \frac{\text{ppb contoh dari kurva standar}}{\text{gram contoh}} \times V$$

Keterangan :

V adalah volume pelarutan



ALAT ARSEN

Ket : Bilas pasir dengan $\text{Pb}(\text{OAc})_2$ 10%.

Sebelum digunakan, tabung dibilas dulu dengan H_2O , kemudian dengan HNO_3 , rendam dengan HNO_3 selama 30 menit hingga tidak berwarna. Cuci kelebihan asam dengan H_2O , bilas dengan aseton dan keringkan diudara terbuka.





BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id